

STUDI PENGARUH KONSENTRASI HCl DAN WAKTU AGING (PEMATANGAN GEL) TERHADAP SINTESIS SILIKA XEROGEL BERBAHAN DASAR PASIR KUARSA BANGKA

Dian Meirawati, Sri Wardhani*, Rachmat Triandi Tjahjanto.

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: wardhani@ub.ac.id

ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi silika xerogel berbahan dasar pasir kuarsa Bangka telah dilakukan melalui metoda sol-gel. Sintesis dilakukan dengan tahap pertama adalah pembuatan prekursor natrium silikat kemudian penambahan HCl hingga pH 1 dan penambahan NaOH 1M hingga pH 7 untuk pembentukan sol, selanjutnya dilakukan pematangan gel (gel aging) sebagai penyempurnaan reaksi polimerisasi. Konsentrasi HCl dan waktu aging yang digunakan berturut – turut adalah 0,5, 1 dan 2 M serta 12, 18 dan 24 jam. Gel yang telah terbentuk dicuci dengan aquades dan dicetak dalam *syringe* kemudian dikeringkan dalam oven selama 18 jam pada suhu 80 °C. Berdasarkan hasil uji luas permukaan dengan metilen biru kondisi optimum adalah pada HCl 0,5 M dan waktu pematangan 12 jam. Luas permukaan silika xerogel adalah 9,060 m²g⁻¹. Karakterisasi dengan FTIR menunjukkan serapan melebar pada bilangan gelombang 3468,84 cm⁻¹ yaitu gugus OH dari Si-OH dan Si-O dari Si-O-Si pada bilangan gelombang 1080,06 cm⁻¹. Hasil XRD menghasilkan silika xerogel berfasa amorf.

Kata Kunci: Natrium silikat, Sol-gel, Xerogel.

ABSTRACT

Synthesis and characterization of silica-based xerogel Bangka quartz sand has been done through the sol-gel method. Synthesis is done with the first is the manufacture of sodium silicate precursor and then the addition of HCl to pH 1 and the addition of 1M NaOH to pH 7 for sol formation, Aging then performed gel (gel aging) as a polymerization reaction completion. HCl concentration and aging time are used respectively - were 0.5, 1 and 2 M then 12, 18 and 24 hours. Gel that had formed was washed with distilled water and printed in the syringe then dried in an oven for 18 hours at a temperature of 80 °C. Based on the test results the surface area of the methylene blue is the optimum condition in 0.5 M HCl and aging time of 12 hours. The surface area of the silica xerogel is 9.060 m²g⁻¹. Characterization by FTIR showed wide uptake in wave numbers 3468.84 cm⁻¹ is the OH groups of Si-OH and Si-O of Si-O-Si in the wave number 1080.06 cm⁻¹. XRD results produce is amorphous silica xerogel.

Keywords: Sol-gel, Sodium silicate, xerogel.

PENDAHULUAN

Silika xerogel dibuat dari bahan utama yang banyak mengandung silika. Pasir kuarsa memiliki kadar silika tinggi yakni lebih dari 98% [1]. Pasir kuarsa dengan kandungan silika tertinggi dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan silika xerogel. Adapun sifat dari silika

xerogel yang baik adalah memiliki, berat jenis $1,19 \text{ g/cm}^3$, luas permukaan 69-152 m^2/g konstanta dielektrik 2,52, diameter pori 6,4-6,8 nm [2]. Di alam silika, ditemukan dalam bentuk quarts, kristobalit, tridimit, dan amorf [3].

Pembuatan silika gel dengan metode sol gel akan menghasilkan produk dengan kemurnian silika yang lebih tinggi [4]. Metoda sol gel mampu mendapatkan silika xerogel dengan kemurnian 99% dan hasil uji FTIR terhadap silika xerogel bahwa menunjukkan adanya gugus silanol dan siloksan. Proses pembuatan silika xerogel dilakukan dengan tahap penambahan NaOH pada SiO_2 untuk membentuk prekursor gel yaitu natrium silikat yang selanjutnya ditambahkan HCl hingga pH optimal 7 agar terbentuk gel. Silika gel akan lebih matang dengan pendiaman gel pada waktu optimum 18 jam [5, 6].

Silika gel hasil dari sintesis dikarakterisasi dengan penentuan luas permukaan menggunakan metilen biru. Luas permukaan ini menentukan kemampuan adsorpsi silika xerogel hasil sintesis dari luas permukaan yang diperoleh. Adapun faktor yang mempengaruhi luas permukaan yang diperoleh adalah waktu pematangan gel dan konsentrasi yang digunakan. Penelitian sebelumnya telah mempelajari pengaruh konsentrasi HCl dan diperoleh konsentrasi HCl optimum 0,5 M sedangkan waktu pematangan gel optimum adalah 18 jam [7].

METODE PENELITIAN

Alat dan bahan yang digunakan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini yaitu seperangkat alat gelas, bola hisap, kertas pH universal MERCK, neraca analitis (METTLER PE 300), oven (HERAEUS KR 170 E), FT-IR (FT-IR-860IPC), XRF (PAN-Analytical), XRD (PAN-Analytical), serta spektrometri UV-Vis (Shimadzu Model 160A double beam). Bahan yang digunakan adalah sampel pasir kuarsa dari daerah Bangka, larutan HCl 37 % w/w, padatan NaOH, padatan AgNO_3 , padatan metilen biru, asam oksalat dan aquades. Semua bahan kimia yang digunakan berkualitas pro analisa.

Prosedur

Preparasi Pasir Kuarsa Bangka

Pasir Kuarsa dari daerah Bangka, digerus dengan mortar kemudian diayak dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan kemudian sebagian dikalsinasi 1000°C dan sebagian lagi tanpa kalsinasi. Selanjutnya dilakukan uji XRF dan XRD dari sampel.

Sintesis Silika Xerogel

Sebanyak 1 g pasir kuarsa yang telah dikalsinasi ditambah 32 mL NaOH 1 M dan dimasukkan dalam wadah *stainless steel* serta dididihkan selama tiga jam sambil diaduk dengan pengaduk magnetik. Larutan disaring dengan kertas saring halus untuk memisahkan filtrat dari endapan. Filtrat kemudian didiamkan agar dingin pada temperatur ruang kemudian ditambahkan dengan HCl 0,5, 1 dan 2 M disertai pengadukan hingga pH 1. Larutan didiamkan selama 30 menit dan ditambahkan NaOH 1 M tetes demi tetes hingga pH 7. Sol yang terbentuk didiamkan 18 jam untuk pembentukan gel. Gel yang didapat dicetak dalam *syringe* dan dikeringkan pada suhu 80 °C selama 18 jam. Gel yang telah kering selanjutnya di uji luas permukaannya menggunakan metilen biru. Proses yang sama juga dilakukan pada sampel pasir kuarsa tanpa kalsinasi dan variasi waktu pematangan gel 12, 18 dan 24 jam. Silika xerogel pada kondisi sintesis optimum dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FT-IR dan XRD.

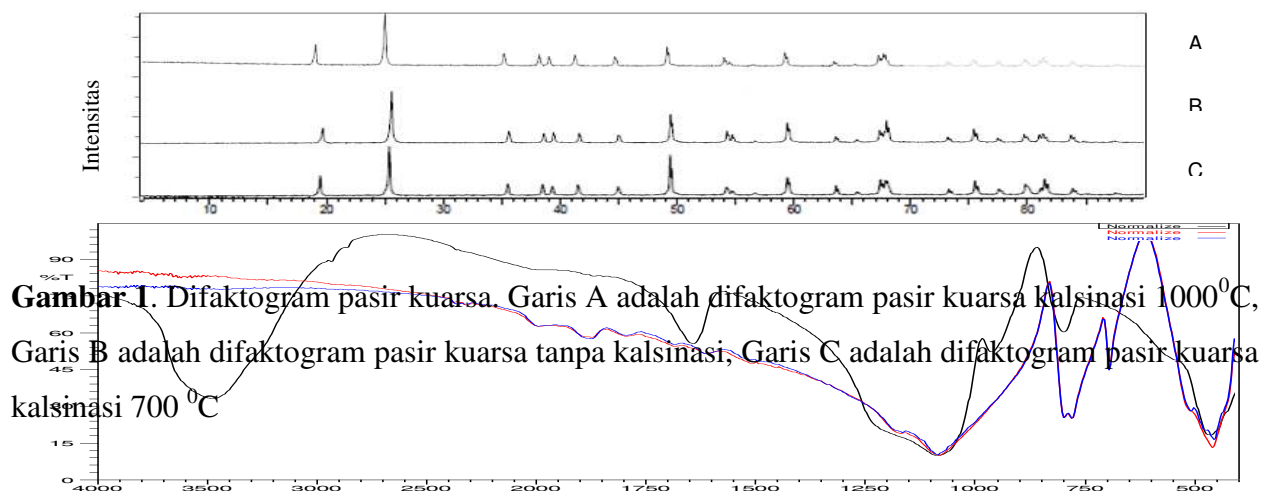
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Sampel Pasir Kuarsa Bangka

Uji XRF menunjukkan bahwa pasir kuarsa Bangka memiliki kadar silika 98% sehingga dapat digunakan untuk mensintesis silika xerogel. Selanjutnya dilakukan uji XRD terhadap sampel (**Gambar 1**) yang dikalsinasi 700 °C, 1000 °C dan yang tanpa kalsinasi. Dari ketiga data yang telah dihasilkan, diketahui bahwa jenis silika dari ketiga sampel adalah fasa α quartz dengan intensitas tertinggi dari pasir kuarsa tanpa kalsinasi, kalsinasi 700 °C dan kalsinasi 1000 °C berturut-turut diperoleh pada $2\theta = 26,66^\circ, 26,62^\circ, 26,71^\circ$ [10]. Quartz stabil pada 870 °C, tridimit stabil pada suhu 1470 °C dan kristobalit stabil pada suhu 1710 °C [3].

Vibrasi serapan Si-O-Si muncul pada bilangan gelombang antara 1250-1000 cm^{-1} dan diperkuat dengan adanya vibrasi Si-O ada bilangan gelombang 470 cm^{-1} [8, 9]. **Gambar 2** menunjukkan terdapat vibrasi bengkokan dari gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 458,06 cm^{-1} untuk sampel tanpa kalsinasi dan 453,24 cm^{-1} untuk yang dikalsinasi. Serapan 506,28 cm^{-1} menunjukkan regangan asimetri Si-O-Si pada sampel yang dikalsinasi. Pasir kuarsa kalsinasi 1000

⁰C dan tanpa kalsinasi tidak menunjukkan perbedaan adsorbansi yang signifikan sebagaimana tampak pada spektrum IR (**Gambar 2**).

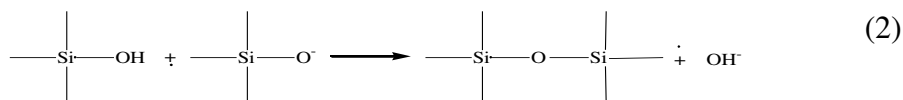
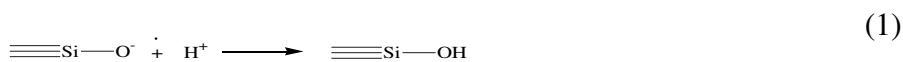


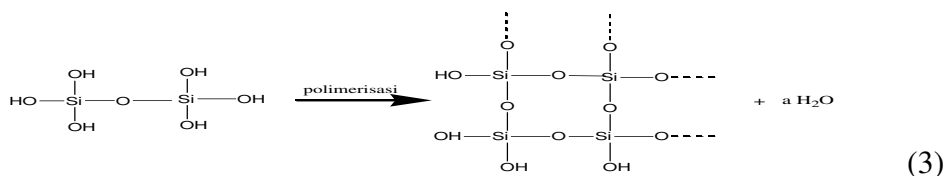
Gambar 2. Spektrum IR pasir kuarsa dan silika xerogel. Garis hitam adalah spektrum silika xerogel, garis biru adalah spektrum pasir kuarsa kalsinasi 1000 ⁰C, garis merah adalah spektrum pasir kuarsa tanpa kalsinasi

Pengaruh Konsentrasi HCl 0,5, 1 dan 2 M pada Sintesis Silika Xerogel

Prekursor natrium silikat hasil ekstraksi diberi penambahan larutan HCl hingga pH 1 untuk memberikan ion H⁺ sehingga membentuk gugus silanol (-Si-OH-) [8] dengan reaksi kondensasi pada persamaan 1 dan 2. Penurunan pH mengakibatkan penurunan konsentrasi -Si-O⁻ sehingga pembentukan gel berlangsung lambat. Maka, pH dinaikkan menggunakan larutan NaOH 1 M sehingga diperoleh pH larutan 7 dan proses pembentukan polimerisasi gel menjadi lebih cepat dengan proses polimerisasi pada persamaan 3.

Reaksi kondensasi :





Tabel 1 menunjukkan luas permukaan silika xerogel yang ditetapkan menggunakan metilen biru. Berdasarkan uji F pada kedua data tersebut, nilai interaksi antara jenis sampel dan konsentrasi HCl terdapat berbeda nyata dengan nilai $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ sehingga ada pengaruh konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel. Kemudian dari uji BNT didapatkan adanya pengaruh perlakuan kalsinasi dengan konsentrasi optimum HCl 0,5 M.

Pada penambahan konsentrasi HCl 0,5 M terjadi proses protonisasi pada sebagian gugus siloksi menjadi gugus silanol yang akan membentuk polimerisasi pada jaringan silika. Atom O yang terdapat pada gugus siloksan akan berinteraksi dengan atom N dari senyawa metilen biru sehingga terjadi proses adsorpsi. Apabila jumlah gugus siloksan lebih banyak, maka kemampuan silika xerogel dalam menyerap metilen biru lebih banyak.

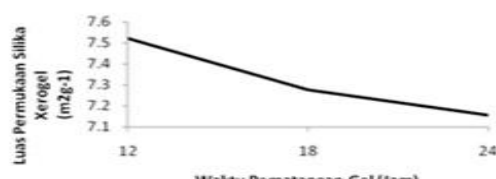
Tabel 1. Pengaruh konsentrasi HCl terhadap luas permukaan silika xerogel tanpa kalsinasi dan kalsinasi 1000 °C

[HCl] M	Luas permukaan (m ² g ⁻¹)	
	Tanpa Kalsinasi	Kalsinasi
0,5	6,8285	9,0595
1	6,7885	7,2525
2	6,9435	8,6685

Pengaruh Waktu Aging (12, 18, 24) Jam pada Sintesis Silika Xerogel

Waktu pematangan optimum ditentukan melalui parameter luas permukaan gel yang diperoleh. **Gambar 3** menunjukkan bahwa semakin lama waktu pematangan semakin kecil luas permukaan. Semakin tinggi waktu pematangan maka kekuatan ikatan jaringan gel akan semakin kuat maka akan terjadi penggerutan [7]. Sehingga dalam kemampuannya untuk mengadsorpsi larutan metilen biru semakin berkurang dengan bertambahnya waktu.

Waktu pematangan gel pada 12 jam menghasilkan silika gel dengan bentuk yang pecah-pecah kemudian 18 jam menghasilkan silika gel dengan bentuk sedikit pecah-pecah dan 24 jam menghasilkan silika xerogel dengan bentuk tidak pecah-pecah. Bentuk gel yang pecah-pecah

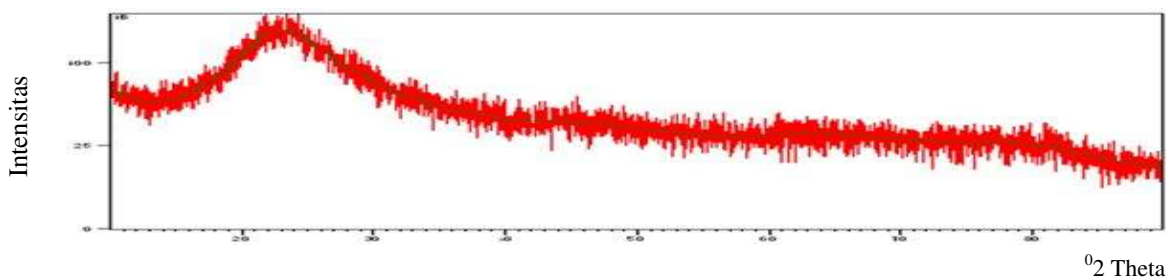


memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada gel yang tidak pecah-pecah sehingga waktu pematangan yang baik adalah 12 jam.

Gambar 3. Grafik pengaruh waktu pematangan gel (aging) terhadap luas permukaan silika xerogel

Karakterisasi Menggunakan IR dan XRD pada Silika Xerogel

Hasil sintesis silika xerogel dengan konsentrasi HCl 0,5 M pada waktu pematangan 12 jam dikarakterisasi dengan spektrometer FT-IR. Pada serapan bilangan gelombang antara 4000 hingga 3400 cm^{-1} tampak serapan OH dari Si-OH dan pada bilangan gelombang 1250 hingga 1000 cm^{-1} tampak serapan Si-OH dari Si-O-Si [8]. Spektrum inframerah xerogel menunjukkan (**Gambar 2**, garis hitam), serapan melebar di daerah 3468,84 cm^{-1} dengan adanya vibrasi rentangan gugus-OH dari Si-OH. Gugus -OH dipertegas dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 1641,31 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi bengkokan -OH dari Si-OH. Pita serapan 1080,06 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi regangan Si-O dari Si-O-Si. Pita serapan yang lain pada 462,88 cm^{-1} menunjukkan vibrasi bengkokan dari Si-O-Si.



Uji XRD silika xerogel yang diperoleh menghasilkan difraktogram dengan puncak yang melebar pada $2\theta = 18,69^\circ$ menunjukkan bahwa silika xerogel hasil sintesis berfasa amorf [6] (**Gambar 4**).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dari penelitian sintesis silika xerogel, konsentrasi HCl dan waktu aging berpengaruh terhadap luas permukaan silika xerogel. Kondisi optimum didapatkan pada konsentrasi HCl 0,5 M dan waktu pematangan gel 12 jam. Hasil karakterisasi XRD silika xerogel

dari hasil sintesis menunjukkan fasa amorf. Pada spektra IR terdapat serapan melebar pada bilangan gelombang $3468,84\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus OH dari Si-OH dan vibrasi regangan Si-O dari Si-O-Si pada bilangan gelombang $1080,06\text{ cm}^{-1}$ dengan warna silika xerogel keruh dan pecah-pecah serta luas permukaan yang diperoleh $9,060\text{ m}^2\text{g}^{-1}$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Brawijaya Malang telah membiayai sebagian penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Prayogo, Teguh dan B. Budiman, 2009, Survei Potensi Pasir Kuarsa di Daerah Ketapang Propinsi Kalimantan Barat, *Jurnal Sains dan Teknologi Indonesia* 11, pp. 126-132.
2. Prasad, Ram dan M. Pandey, 2012, Rice Husk Ash as a Renewable Source for the Production of Value Added Silica Gel and its Application: An Overview, *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 7, pp. 1–25.
3. Bergn, Horacio E., dan W.O. Roberts, 2006, *Colloidal Silica Fundamental And Application*, New York, Taylor and Francis Group LTD.
4. Rahman, Ismail Ab dan V. Padavettan, 2012, Synthesis of Silica Nanoparticles by Sol Gel: Size-Dependent Properties, Surface Modification, and Applications in Silica-Polymer Nanocomposites—A Review, Sevan P. Davtyan, *Journal of Nanomaterials*.
5. Samsudin, A., H. Setyawan, S. Winardia, A. Purwanto dan, R. Balgis, 2009, A Facile Method For Production Of High-Purity Silica Xerogels From Bagasse Ash, *Advanced Powder Technology*, 20, pp. 468–472.
6. Kalapathy U., A. Proctor, J. Shultz, 1999, A Simple Method For Production Of Pure Silica From Rice Hull Ash, *Bioresource Technology*, 73, pp. 257-262.
7. Asy'hari, Khoirul Anwar dan Afifudin Amirulloh, 2011, *Sintesa Silika Gel dari Geothermal Sludge dengan Metode Caustic Digestion*, Thesis, Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
8. Nuryono dan Narsito, 2004, Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat, *Indo. J. Chem.*, 1, pp. 23–30.

9. Suka, I.G., Wasinton Simanjutak, Simon Sembiring, dan Evi Trisnawati, 2008, Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi Lampung Yang Diperoleh Dengan Metode Ekstraksi, *FMIPA Universitas lampung*, 37, pp. 47-52.
10. Hadi, S., Munasir dan Triwikantoro, 2011, *Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopresipitasi*, Thesis, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.